



19 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENT- UND
MARKENAMT

12 Offenlegungsschrift
10 DE 100 00 017 A 1

51 Int. Cl.⁷:
F 25 J 3/08

21 Aktenzeichen: 100 00 017.7
22 Anmeldetag: 3. 1. 2000
43 Offenlegungstag: 29. 6. 2000

DE 100 00 017 A 1

Mit Einverständnis des Anmelders offengelegte Anmeldung gemäß § 31 Abs. 2 Ziffer 1 PatG

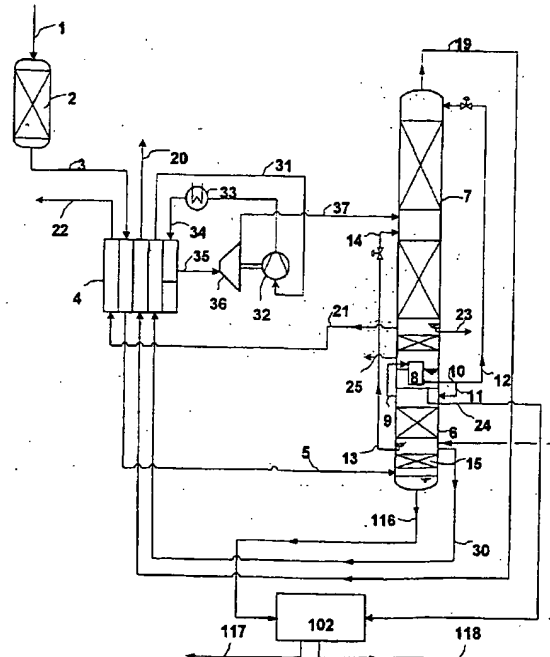
66 Innere Priorität:
199 56 054. 4 22. 11. 1999
71 Anmelder:
Linde AG, 65189 Wiesbaden, DE

72 Erfinder:
Hahn, Erich, 82547 Eurasburg, DE; Rohde, Wilhelm,
81476 München, DE; Voit, Jürgen, 86938
Schondorf, DE

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

64 Verfahren zur Gewinnung von Krypton und/oder Xenon durch Tieftemperaturzerlegung von Luft

57 Das Verfahren und die Vorrichtung dienen zur Gewinnung von Krypton und/oder Xenon durch Tieftemperaturzerlegung von Luft. Verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft (3, 5) wird in ein Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet, das eine Drucksäule (6) und eine Niederdrucksäule (7) oder eine als Einzelsäule ausgebildete Drucksäule mit Kopfkondensator aufweist. Mindestens ein Teil der verdichteten und vorgereinigten Einsatzluft wird der Drucksäule (6) zugeführt (5). Eine sauerstoffangereicherte Fraktion (13) wird der Drucksäule (6) entnommen und der Niederdrucksäule (7) beziehungsweise dem Kopfkondensator der Einzelsäule zugeleitet (14). Eine krypton- und xenonhaltige Fraktion (116) wird dem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung entnommen und ohne konzentrationsverändernde Maßnahmen in den oberen oder mittleren Bereichen einer Austauschsäule (102) eingeleitet. Dem unteren oder mittleren Bereich der Austauschsäule (102) wird ein Inertgas zugeführt. Ein krypton- und/oder xenonangereichertes Gemisch (117) wird aus dem unteren Bereich der Austauschsäule (102) abgezogen. Die sauerstoffangereicherte Fraktion (13) der Drucksäule wird an einer Zwischenstelle entnommen, die mindestens an einem theoretischen oder praktischen Boden (15) oberhalb der Stelle angeordnet ist, an der verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft (5) der Drucksäule zugeführt wird. Die krypton- und xenonhaltige Fraktion (116) wird mindestens einem theoretischen oder ...



DE 100 00 017 A 1

Beschreibung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Gewinnung von Krypton und/oder Xenon durch Tieftemperaturzerlegung von Luft gemäß dem Oberbegriff des Patentanspruchs 1. Bei dem Verfahren wird eine krypton- und xenonhaltige Fraktion, die aus einem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung, in einer Austauschsäule in direkten Gegenstrom mit einem Inertgas gebracht, um im unteren Bereich dieser Säule ein an Krypton und/oder Xenon angereichertes und sauerstoffarmes Gemisch zu erzeugen.

Ein derartiger Prozeß ist beispielsweise aus Streich, Daimler, Gewinnung von Edelgasen in Luft- und Ammoniakanlagen, Linde-Berichte aus Technik und Wissenschaft, 37/1975, 10-14, aus DE 11 22 088 B, US 4401448 oder EP 218741 A bekannt. Bei diesen Verfahren wird Argon oder Stickstoff als Inertgas verwendet. Das krypton- und xenonangereicherte Gemisch, das die Austauschsäule als Sumpfprodukt verläßt, weist nicht nur einen erhöhten Gehalt an diesen relativ schwerflüchtigen Komponenten auf, sondern ist außerdem praktisch frei von Sauerstoff. Weitere Verfahren und Vorrichtungen zur Krypton- und/oder Xenongewinnung sind aus der deutschen Patentanmeldung 198 23 526 und der dazu korrespondierenden internationalen Patentanmeldung PCT/EP99/03079 sowie aus der deutschen Patentanmeldung 198 55 487 und den dazu korrespondierenden Patentanmeldungen in weiteren Ländern (z. B. europäische Patentanmeldung 99102628) bekannt.

Luftzerleger im engeren Sinne mit mindestens zwei Trennsäulen sind zum Beispiel aus Hausen/Linde, Tieftemperaturtechnik, 2. Auflage 1985, Kapitel 4 (Seiten 284 bis 340) bekannt. Bei dem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung kann es sich um ein Zweisäulensystem handeln, das lediglich eine Drucksäule und eine Niederdrucksäule aufweist, oder um ein Mehrsäulensystem mit weiteren Trennsäulen zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung. In Hausen/Linde sind mehrere Beispiele für Zweisäulensysteme gezeigt (Seite 284, Bild 4.3. und verschiedene Beispiele in den Abschnitten 4.5.1 und 4.5.2). Das erfindungsgemäße Verfahren und die entsprechende Vorrichtung können bei Bedarf außerhalb des Rektifiziersystems zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung zusätzliche Trennsäulen zur Gewinnung von weiteren Luftbestandteilen aufweisen, etwa von Edelgasen wie Argon, Helium, Neon. Der Austauschsäule können weitere Säulen zur Auftrennung des krypton- und/oder xenonangereicherten Gemischs und/oder zur weiteren Reinigung des Krypton- und/oder Xenonprodukts nachgeschaltet sein. Die Erfindung ist auch auf ein Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung anwendbar, das als Einsäulensystem ausgebildet ist und eine Einzelsäule mit einem Kopfkondensator aufweist.

Aus der nicht vorveröffentlichten Patentanmeldung DE 198 52 020 desselben Anmelders sowie aus der dazu korrespondierenden internationalen Anmeldung PCT/EP99/05678 ist ein Verfahren bekannt, bei dem ein krypton- und xenonhaltiges Gemisch aus der Drucksäule zunächst einer Reinigung – also einer Konzentrationsverändernden Maßnahme – unterworfen wird, bevor es in eine Austauschsäule eingeleitet wird.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, mit einem Verfahren der eingangs genannten Art beziehungsweise einer entsprechenden Vorrichtung Krypton und/oder Xenon auf besonders wirtschaftliche Weise abzutrennen.

Diese Aufgabe wird dadurch gelöst, daß die sauerstoffangereicherte Fraktion, die in die Niederdrucksäule (beziehungsweise in den Kopfkondensator der Einzelsäule) eingeleitet wird, der Drucksäule an einer Zwischenstelle entnommen wird, die mindestens einen theoretischen oder prakti-

schen Boden oberhalb der Stelle angeordnet ist, an der verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft der Drucksäule zugepeist wird, und daß die krypton- und xenonhaltige Fraktion mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden unterhalb dieser Zwischenstelle aus der Drucksäule entnommen wird.

Der Stoffaustauschabschnitt zwischen der Stelle der Einsatzluftzufuhr (in der Regel am Sumpf der Drucksäule) und der Entnahme der sauerstoffangereicherten Fraktion ermöglicht ein weitgehend vollständiges Auswaschen der schwerflüchtigen Verunreinigungen, insbesondere von N_2O , aus der Einsatzluft in den Sumpf der Drucksäule. Er wird entweder durch mindestens einen praktischen Boden oder durch einen Packungsabschnitt mit einer Trennwirkung von mindestens einem theoretischen Boden gebildet. Vorzugsweise befinden sich 1 bis 10, höchst vorzugsweise 3 bis 5 theoretische oder praktische Böden zwischen Luftzuspeisung beziehungsweise Drucksäulensumpf einerseits und Entnahmestelle der sauerstoffangereicherten Flüssigkeit andererseits. (Für den Fall, daß in diesem Abschnitt ausschließlich praktische Böden als Stoffaustauschelemente verwendet werden, gelten die Angaben in praktischen Bodenzahlen; falls Packung, Füllkörper oder Kombinationen verschiedener Typen von Stoffaustauschelementen eingesetzt werden, sind die Angaben in theoretischen Bodenzahlen anzuwenden.)

Mit einem derartigen Stoffaustauschabschnitt zwischen Luftzuspeisung und Entnahme der sauerstoffangereicherten Fraktion können die wichtigsten schwererflüchtigen Verunreinigungen praktisch vollständig aus der sauerstoffangereicherten Fraktion zurückgehalten werden. Die sauerstoffangereicherte Fraktion enthält beispielsweise weniger als 1 ppb N_2O (molare Konzentration kleiner als 10^{-9}), vorzugsweise liegt die molare N_2O -Konzentration bei 10^{-12} oder darunter.

Bei der erfindungsgemäßen Verfahrensweise kann die Austauschsäule neben ihrer üblichen Funktion für die Krypton-/Xenongewinnung auch zum Ausschleusen von schwerflüchtigen Verunreinigungen wie beispielsweise N_2O aus dem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung (dem Luftzerleger im engeren Sinne) genutzt werden. Die schwererflüchtigen Verunreinigungen werden in den Sumpf der Austauschsäule gewaschen und verlassen die Austauschsäule mit dem krypton- und/oder xenonangereicherten Gemisch. Auf diese Weise wird eine Wiedereinführung in den Luftzerleger im engeren Sinne vermieden, ohne daß zusätzliche Apparateile erforderlich sind.

Das krypton- und/oder xenonhaltige Gemisch wird in der Regel am Sumpf der Austauschsäule und in flüssigem Zustand abgezogen. Mit dem Kopfgas verlassen Sauerstoff, Inertgas und gegebenenfalls weitere Komponenten wie Methan die Austauschsäule.

Im einfachsten Fall wird die Austauschsäule der Erfindung mit einem einzigen Stoffaustauschabschnitt ohne Heizung und Kühlung realisiert, an dessen Kopf die krypton- und xenonhaltige Fraktion flüssig aufgegeben wird. Unmittelbar über dem Sumpf kann das Inertgas zugeführt werden, das krypton- und/oder xenonangereicherte Gemisch wird durch die Sumpfflüssigkeit gebildet. Letzteres enthält hier sowohl Krypton als auch Xenon in nennenswerten Mengen. Die krypton- und xenonhaltige Flüssigkeit kann zwischengespeichert oder einem weiteren Verfahrensschritt, zum Beispiel einer weiteren Säule, zur Auftrennung in Roh-Krypton und Roh-Xenon zugeleitet werden.

Darüber hinaus kann die Austauschsäule einen weiteren Stoffaustauschabschnitt oberhalb der Aufgabe der krypton- und xenonhaltigen Fraktion und/oder einen weiteren Stoffaustauschabschnitt unterhalb der Einspeisung des Inertgases aufweisen.

Im Rahmen des erfindungsgemäßen Verfahrens kann die Drucksäule als ein einziger Behälter realisiert sein. Alternativ dazu können unterschiedliche Abschnitte durch getrennte Behälter umschlossen sein. Beispielsweise kann der Stoffaustauschabschnitt, der zum Auswaschen von N_2O dient, separat vom Rest der Drucksäule aufgebaut sein.

Die Einleitung der sauerstoffangereicherten Fraktion von der Drucksäule in die Niederdrucksäule kann bei der Erfindung auf direktem Wege oder auch indirekt, beispielsweise über einen zwischengeschalteten Verdampfer, durchgeführt werden. Die sauerstoffangereicherte Fraktion kann zum Beispiel zunächst in den Kopfkondensator einer Rohargon-säule geleitet und dort teilweise oder vollständig verdampft werden.

Zusätzlich zu der Fraktion aus der Drucksäule kann eine weitere krypton- und xenonhaltige Fraktion aus der Niederdrucksäule abgezogen und in die Austauschsäule eingeleitet werden. Die beiden krypton- und xenonhaltigen Fraktionen werden vorzugsweise an derselben Stelle in die Austausch-säule eingespeist. Durch die zusätzliche Einleitung aus der Niederdrucksäule kann die Ausbeute an Krypton und/oder Xenon weiter gesteigert werden. Alternativ oder zusätzlich kann auch krypton- und/oder xenonhaltige Flüssigkeit aus weiteren Quellen auf die Austauschsäule aufgegeben werden, beispielsweise aus einem Flüssigtank und/oder aus einer weiteren Luftzerlegungsanlage, die ansonsten nicht mit dem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung verbunden ist.

Vorzugsweise wird mindestens ein Teil des Kopfdampfs der Austauschsäule in das Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet. Auf diese Weise gehen sowohl das Inertgas (beispielsweise Stickstoff) als auch der in der krypton- und xenonhaltigen Fraktion enthaltene Sauerstoff nicht verloren, sondern können als Produkte gewonnen werden.

Aus dem mittleren Bereich der Austauschsäule kann eine Roh-Krypton-Fraktion abgezogen werden. In diesem Fall weist die Austauschsäule also mindestens zwei Stoffaustauschabschnitte auf, wobei der obere (oberhalb des Roh-Krypton-Abzugs) der klassischen Funktion einer Austausch-säule dient und der untere (unterhalb des Roh-Krypton-Abzugs) wie eine Roh-Krypton-/Roh-Xenon-Säule wirkt. Das am Sumpf abgezogene "krypton- und/oder xenonhaltige" Gemisch stellt in diesem Fall bereits das Roh-Xenon-Produkt dar, das lediglich noch von schwererflüchtigen Bestandteilen gereinigt werden muß. Dieser Aspekt der Erfindung ist auch bei einer Austauschsäule sinnvoll, die ausschließlich aus der Niederdrucksäule beschickt wird.

Insbesondere in diesem Fall ist es günstig, wenn die Austausch-säule einen Sumpfverdampfer aufweist, in dem mindestens ein Teil ihrer Sumpfflüssigkeit verdampft wird.

Alternativ oder zusätzlich kann die Austauschsäule einen Kopfkondensator aufweisen, in dem mindestens ein Teil ihres Kopfdampfs verflüssigt wird. In diesem Fall wird ein zusätzlicher Stoffaustauschabschnitt oberhalb der Zusp eisung der krypton- und xenonhaltigen Fraktion installiert. Durch diese Maßnahmen kann die Ausbeute an Krypton und/oder Xenon weiter erhöht werden.

Die Erfindung sowie weitere Einzelheiten der Erfindung werden im folgenden anhand von in den Zeichnungen schematisch dargestellten Ausführungsbeispielen näher erläutert. Hierbei zeigen:

Fig. 1 ein Ausführungsbeispiel der Erfindung im Überblick,

Fig. 2 die Austausch-säule des Ausführungsbeispiels im Detail und

Fig. 3 eine Austausch-säule eines anderen Ausführungsbeispiels der Erfindung.

Die Zeichnung von **Fig. 1** zeigt ein Doppelsäulensystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung. Verdichtete Einsatzluft **1** wird einer Vorreinigung **2** zugeleitet und dort vorzugsweise einer Adsorption unterworfen. Dabei werden Wasserdampf und CO_2 praktisch vollständig aus der verdichteten Einsatzluft entfernt; N_2O wird dagegen von einem üblichen Molekularsieb zu etwa 20 bis 50% durchgelassen. Die vorgereinigte Einsatzluft **3** wird in einem Hauptwärmetauscher **4** in indirektem Wärmeaustausch gegen Zerlegungsprodukte abgekühlt und über Leitung **5** vollständig der Drucksäule **6** des Rektifiziersystems zugeführt. Das Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung weist außerdem eine Niederdrucksäule **7** auf, die über einen Kondensator-Verdampfer, den Hauptkondensator **8**, mit der Drucksäule **6** in Wärmeaustauschbeziehung steht. Am Kopf der Drucksäule **6** wird Druckstickstoff **9** erzeugt, der teilweise oder vollständig dem Hauptkondensator **8** zugeführt und dort mindestens teilweise, vorzugsweise vollständig oder im wesentlichen vollständig kondensiert wird. Ein Teil **11** des im Hauptkondensator **8** verflüssigten Stickstoffs **10** wird als Rücklauf auf die Drucksäule **6** aufgegeben. Mindestens ein Teil **12** des restlichen Kondensats wird zum oberen Bereich einer Niederdrucksäule **7** geführt. Auf der Verdampfungsseite des Hauptkondensators **8** verdampft Sumpfflüssigkeit der Niederdrucksäule. Der erzeugte Dampf steigt in der Niederdrucksäule im Gegenstrom zur Rücklauf flüssigkeit auf. (Der Hauptkondensator **8** befindet sich bei dem Ausführungsbeispiel der Zeichnung unmittelbar im Sumpf der Niederdrucksäule; alternativ dazu kann er außerhalb der Doppelsäule angeordnet sein.)

Der Drucksäule **6** wird eine sauerstoffangereicherte Fraktion **13** in flüssiger Form entnommen und als weitere Einsatzfraktion der Niederdrucksäule **7** an einer Zwischenstelle zugeführt (**14**). Die sauerstoffangereicherte Fraktion **13** wird von einer Zwischenstelle abgezogen, die oberhalb eines Stoffaustauschabschnitts **15** angeordnet ist, der in dem Beispiel drei theoretischen Böden entspricht. Sie ist dadurch frei von schwererflüchtigen Verunreinigungen wie Xenon, C_2H_4 , N_2O und C_3H_8 . Damit kann kein N_2O in die Niederdrucksäule **7** gelangen und zu Betriebsstörungen im Hauptkondensator **8** führen.

Die schwererflüchtigen Bestandteile werden mit einer krypton- und/oder xenonhaltigen Fraktion **116** vom Sumpf der Drucksäule **6** abgezogen und in flüssigem Zustand einer hier nur angedeuteten Austausch-säule **102** zugeführt. Der Austausch-säule wird einerseits das gewünschte krypton- und/oder xenonangereicherte Gemisch **117** und andererseits ein Kopfgas **118** entnommen. Letzteres wird in die Drucksäule **6** eingespeist. Alternativ kann das Kopfgas **118** der Austausch-säule auch ganz oder teilweise der Niederdrucksäule **7** zugeführt werden.

Bei dem Ausführungsbeispiel wird die gesamte Einsatzluft über die Leitung **5** in die Drucksäule **6** eingespeist, insbesondere gelangt keine Einsatzluft ohne Vorzerlegung in die Niederdrucksäule **7** (beispielsweise über eine Turbine).

Der Stoffaustauschabschnitt **15** unterhalb der Entnahme der sauerstoffangereicherten Fraktion **13** kann durch jedes bekannte Stoffaustauschelement gebildet werden, beispielsweise durch Packung oder jede Art von Stoffaustauschböden; vorzugsweise werden Siebböden oder bei einer sehr kleinen Menge an Spülfraktion Glocken- und/oder Kaminböden eingesetzt.

In dem Beispiel wird das Sauerstoffprodukt über Leitung **21** gasförmig aus der Niederdrucksäule **7** abgezogen, im Hauptwärmetauscher **4** angewärmt und über Leitung **22** als Produkt abgeführt. Der Abzug ist einige theoretische beziehungsweise praktische Böden oberhalb des Sumpfs der Niederdrucksäule angeordnet, um schwererflüchtige Kompo-

nenten wie Krypton und/oder Xenon aus dem Sauerstoffprodukt fernzuhalten. Diese schwererflüchtigen Komponenten werden mit einer weiteren krypton- und xenonhaltigen Fraktion 24 aus der Sumpfflüssigkeit der Niederdrucksäule abgezogen und ebenfalls zur Austauschsäule 102 geführt. Alternativ oder zusätzlich zu dieser Methode kann Sauerstoff als Flüssigprodukt, das frei von schwererflüchtigen Komponenten ist, über Leitung 23 und/oder als gasförmiges Produkt über Leitung 25 entnommen werden. (Die Anwärmsung des über Leitung 25 abzuziehenden Produkts und die Unterkühlung der sauerstoffangereicherten Fraktion 13 sind in der Zeichnung nicht dargestellt.)

Über dem Kopf der Niederdrucksäule 7 wird eine stickstoffhaltige Fraktion 19 als gasförmiges Stickstoffprodukt oder Restgas abgezogen und im Hauptwärmetauscher 4 erwärmt. Die angewärmte stickstoffhaltige Fraktion 20 kann zum Teil als Regeneriergas für die Vorreinigung 2 genutzt werden.

Verfahrenskälte wird in dem Ausführungsbeispiel mittels arbeitsleistender Entspannung einer Zwischenfraktion 30 gewonnen, die in Höhe des Abzugs der sauerstoffangereicherten Fraktion 13 oder höher in Gasform aus der Drucksäule 6 entnommen wird. Sie wird im Gegenstrom zu Einsatzluft 3 im Hauptwärmetauscher 4 angewärmt, in einem Verdichter 32 beispielsweise von 5 bar auf 7 bar komprimiert und nach Nachkühlung 33 wieder dem Hauptwärmetauscher 4 zugeführt (Leitung 34). Die verdichtete Luft wird bei einer Zwischentemperatur dem Hauptwärmetauscher entnommen (Leitung 35) und einer Entspannungsmaschine 36 zugeleitet. Stromabwärts der arbeitsleistenden Entspannung 36 auf 1,2 bar wird sie über Leitung 37 der Niederdrucksäule 7 an einer Zwischenstelle zugeführt. In dem konkreten Beispiel liegen sowohl die Entnahme aus der Drucksäule 6 als auch die Einspeisung in die Niederdrucksäule 7 an denjenigen Zwischenstellen, an denen auch die sauerstoffreiche Fraktion 13, 14 abgezogen beziehungsweise eingeleitet wird. Mindestens ein Teil der für die Verdichtung der angewärmten Gasfraktion 31 benötigten Energie wird durch die bei der arbeitsleistenden Entspannung 36 erzeugte mechanische Energie gebildet; vorzugsweise werden dazu die Entspannungsmaschine 36 und der Verdichter 32 mechanisch gekoppelt. In bestimmten Fällen kann die Verdichtung 32 entfallen; dann reicht es aus, die Gasfraktion 30 nur bis auf eine mittlere Temperatur anzuwärmen und dann direkt über Leitung 35 der arbeitsleistenden Entspannung 36 zuzuführen.

Fig. 2 zeigt die Schaltung der Austauschsäule 102 im Detail. Über Leitung 116 wird Sumpfflüssigkeit der Drucksäule 6 als krypton- und xenonhaltige Fraktion unterhalb eines ersten Stoffaustauschabschnitts 241 als Flüssigkeit aufgegeben. Außerdem wird ein Inertgas 240 zwischen einem zweiten Stoffaustauschabschnitt 242 und einem dritten Stoffaustauschabschnitt 243 in die Austauschsäule 102 eingeblasen. In dem Beispiel wird gasförmiger Stickstoff vom Kopf der Drucksäule 6 als Inertgas verwendet. (Alternativ oder zusätzlich kann Stickstoff aus einer externen Quelle verwendet werden, beispielsweise aus einem atmosphärischen Verdampfer oder einem Wasserbadverdampfer, der aus einem Flüssigtank gespeist wird.) Über Leitung 118 wird ein erster Teil des Kopfgases der Austauschsäule 102 in die Drucksäule eingespeist, und zwar oberhalb des Stoffaustauschabschnitts 15. Vom Sumpf wird das krypton- und/oder xenonangereicherte Gemisch 117 flüssig abgezogen und gegebenenfalls einem oder mehreren weiteren Trennschritten zugeführt. Die Austauschsäule 102 besitzt außerdem einen Kopfkondensator 244 und einen Sumpfverdampfer 245, die durch indirekten Wärmeaustausch mit geeigneten Medien, wie zum Beispiel mit Luft, einem oder mehreren Prozeßga-

sen aus dem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung oder einem anderen Luftgas betrieben werden. Der erste Stoffaustauschabschnitt 241 der Austauschsäule 102 weist beispielsweise 3 bis 15, vorzugsweise 5 bis 10 praktische beziehungsweise theoretische Böden auf, der zweite Stoffaustauschabschnitt 242 beispielsweise 12 bis 26, vorzugsweise 15 bis 20 praktische beziehungsweise theoretische Böden und der dritte Stoffaustauschabschnitt 243 beispielsweise 5 bis 20, vorzugsweise 8 bis 13 praktische beziehungsweise theoretische Böden.

Ein anderes Beispiel einer Austauschsäule 302, die in einem erfindungsgemäßen Verfahren und einer erfindungsgemäßen Vorrichtung eingesetzt wird, zeigt Fig. 3. Sie ist weitgehend analog zu Fig. 2 aufgebaut und trägt insoweit dieselben Bezugszeichen. Zwischen dem ersten und dem dritten Stoffaustauschabschnitt 241, 243 befindet sich ein zusätzlicher Flüssigabzug für eine Roh-Krypton-Fraktion 346. Die "krypton- und/oder xenonangereicherte Fraktion" 317 enthält hier kaum noch Krypton und stellt ein Roh-Xenon-Produkt dar. Die beiden Rohprodukte 346 und 317 werden vorzugsweise in einer Rein-Krypton-Säule beziehungsweise in einer Rein-Xenon-Säule weiter aufgearbeitet.

In der Zeichnung ist der Abzug für die Roh-Krypton-Fraktion 346 als Flüssigabzug ausgebildet und unmittelbar oberhalb des dritten Stoffaustauschabschnitts 243 angeordnet. In vielen Fällen ist es jedoch günstiger, die Roh-Krypton-Fraktion gasförmig abzuführen, und zwar von einer Zwischenstelle des zweiten Stoffaustauschabschnitts 242.

Die krypton- und xenonhaltige Fraktion, die mindestens zum Teil aus der Drucksäule des Luftzerlegers im engeren Sinne kommt, kann bei Fig. 3 analog zu Fig. 2 über eine Leitung 116 direkt in die Austauschsäule 302 eingespeist werden. Alternativ oder zusätzlich ist jedoch die Pufferung von krypton- und xenonhaltiger Flüssigkeit 351, die mindestens teilweise aus der Drucksäule stammt, in einem Tank 349 möglich. In diesem Fall wird die krypton- und xenonhaltige Einsatzfraktion mittels einer Pumpe 348 über eine Leitung 347 in die Austauschsäule eingeführt. Alternativ oder zusätzlich kann krypton- und/oder xenonhaltige Flüssigkeit 350 aus anderen Anlagen in den Tank 349 eingefüllt und in der Austauschsäule 302 verarbeitet werden. Die Flüssigkeit kann beispielsweise über eine Rohrleitung aus einem benachbarten Luftzerleger oder mittels eines Tankfahrzeugs von weiter entfernten Standorten herantransportiert werden.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Gewinnung von Krypton und/oder Xenon durch Tieftemperaturzerlegung von Luft, bei dem

- verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft (3, 5) in ein Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet wird, das eine Drucksäule (6) und eine Niederdrucksäule (7) oder eine als Einzelsäule ausgebildete Drucksäule mit Kopfkondensator aufweist, wobei
- mindestens ein Teil der verdichteten und vorgereinigten Einsatzluft der Drucksäule (6) zuge-speist (5) wird,
- eine sauerstoffangereicherte Fraktion (13) der Drucksäule (6) entnommen und der Niederdruck-säule (7) beziehungsweise dem Kopfkondensator der Einzelsäule zugeleitet (14) wird, und bei dem
- eine krypton- und xenonhaltige Fraktion (116, 351, 347) dem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung entnommen und ohne konzentrisationsverändernde Maßnahmen in den oberen oder mittleren Bereich einer Austauschsäule

(102, 302) eingeleitet wird, wobei

– dem unteren oder mittleren Bereich der Austauschsäule (102, 302) ein Inertgas (240) zugeführt wird und

– ein krypton- und/oder xenonangereichertes Gemisch (117, 317) aus dem unteren Bereich der Austauschsäule (102, 302) abgezogen wird, **dadurch gekennzeichnet**, daß

– die sauerstoffangereicherte Fraktion (13) der Drucksäule an einer Zwischenstelle entnommen wird, die mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden (15) oberhalb der Stelle angeordnet ist, an der verdichtete und vorgereinigte Einsatzluft (5) der Drucksäule zugeführt wird, und daß die krypton- und xenonhaltige Fraktion (116, 352) mindestens einen theoretischen oder praktischen Boden (15) unterhalb dieser Zwischenstelle aus der Drucksäule (6) entnommen wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine weitere krypton- und xenonhaltige Fraktion (24) aus der Niederdrucksäule (7) abgezogen und in die Austauschsäule (102, 302) eingeleitet wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Teil (118) des Kopfdampfes der Austauschsäule (102, 302) in das Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung eingeleitet wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß aus dem mittleren Bereich der Austauschsäule (302) eine Roh-Krypton-Fraktion (346) abgezogen wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Teil der Sumpflüssigkeit der Austauschsäule in einem Sumpfverdampfer (245) verdampft wird.

6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens ein Teil des Kopfdampfes der Austauschsäule in einem Kopfkondensator (244) verflüssigt wird.

7. Vorrichtung zur Tieftemperaturzerlegung von Luft mit einem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung, das eine Drucksäule (6) und eine Niederdrucksäule (7) oder eine als Einzelsäule ausgebildete Drucksäule mit Kopfkondensator aufweist, mit einer Einsatzluftleitung (1, 3, 5) zur Einleitung von verdichteter und vorgereinigter Einsatzluft in die Drucksäule (6), mit einer Rohsauerstoffleitung (13, 14) für eine sauerstoffangereicherte Fraktion, die einerseits mit der Drucksäule (6) und andererseits mit der Niederdrucksäule (7) beziehungsweise mit dem Kopfkondensator der Einzelsäule verbunden ist, mit einer Einsatzleitung (116, 351, 347) zur Einleitung einer krypton- und xenonhaltigen Fraktion aus dem Rektifiziersystem zur Stickstoff-Sauerstoff-Trennung ohne Konzentrationsverändernde Maßnahmen in den oberen oder mittleren Bereich einer Austauschsäule (102, 302), mit einer Inertgasleitung (240), die mit dem unteren oder mittleren Bereich der Austauschsäule (102, 302) verbunden ist und mit einer Produktleitung (117, 317) zur Entnahme eines krypton- und/oder xenonangereicherten Gemischs aus dem unteren Bereich der Austauschsäule (102, 302), gekennzeichnet durch einen Stoffaustauschabschnitt (15) im Umfang mindestens eines theoretischen oder praktischen Bodens, der in der Drucksäule (6) zwischen der Rohsauerstoffleitung (13) und der Einsatzluftleitung angeordnet ist und dadurch, daß die Einsatzleitung (116, 351, 347) mindestens ei-

nen theoretischen oder praktischen Boden (15) unterhalb der Rohsauerstoffleitung (13) mit der Drucksäule (6) verbunden ist.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

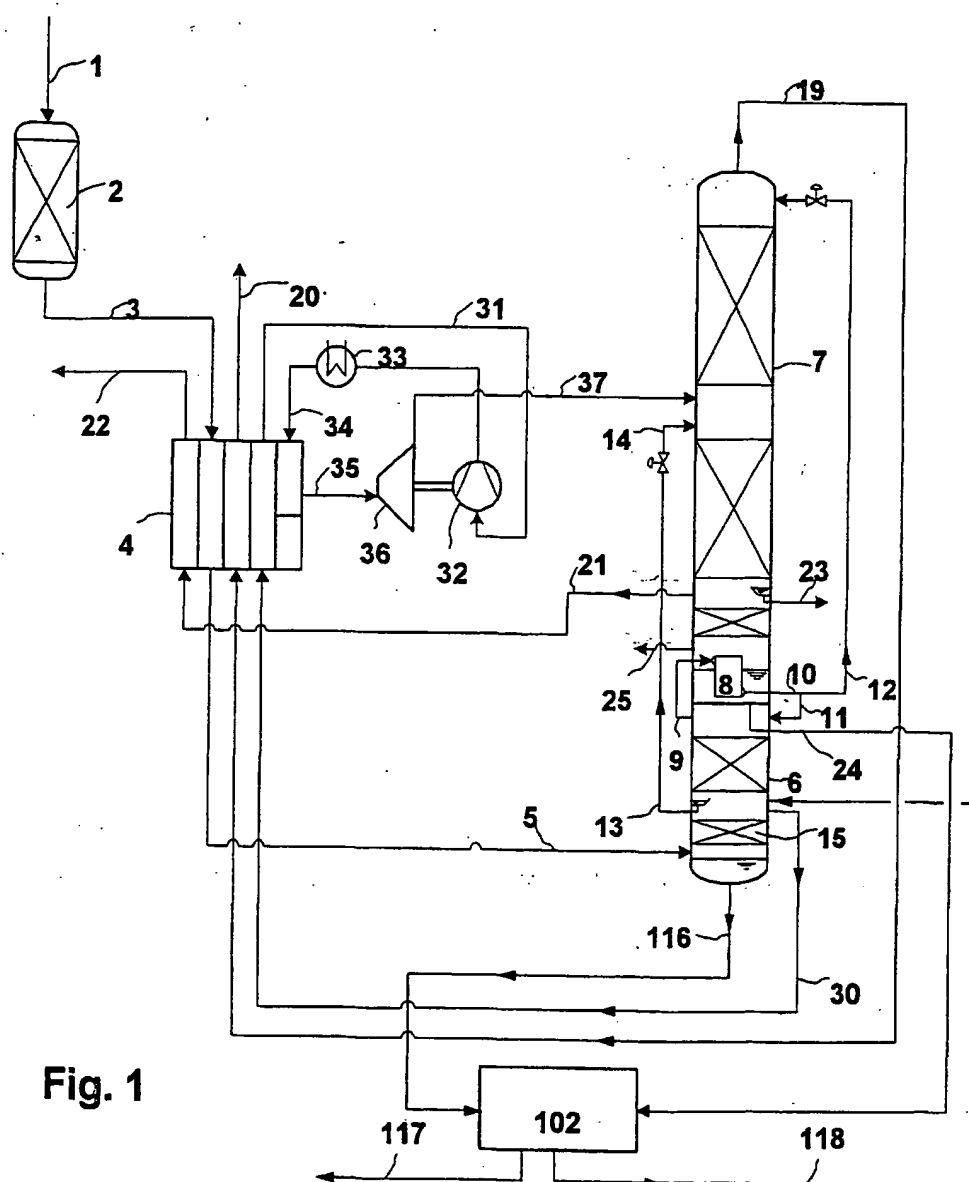


Fig. 1

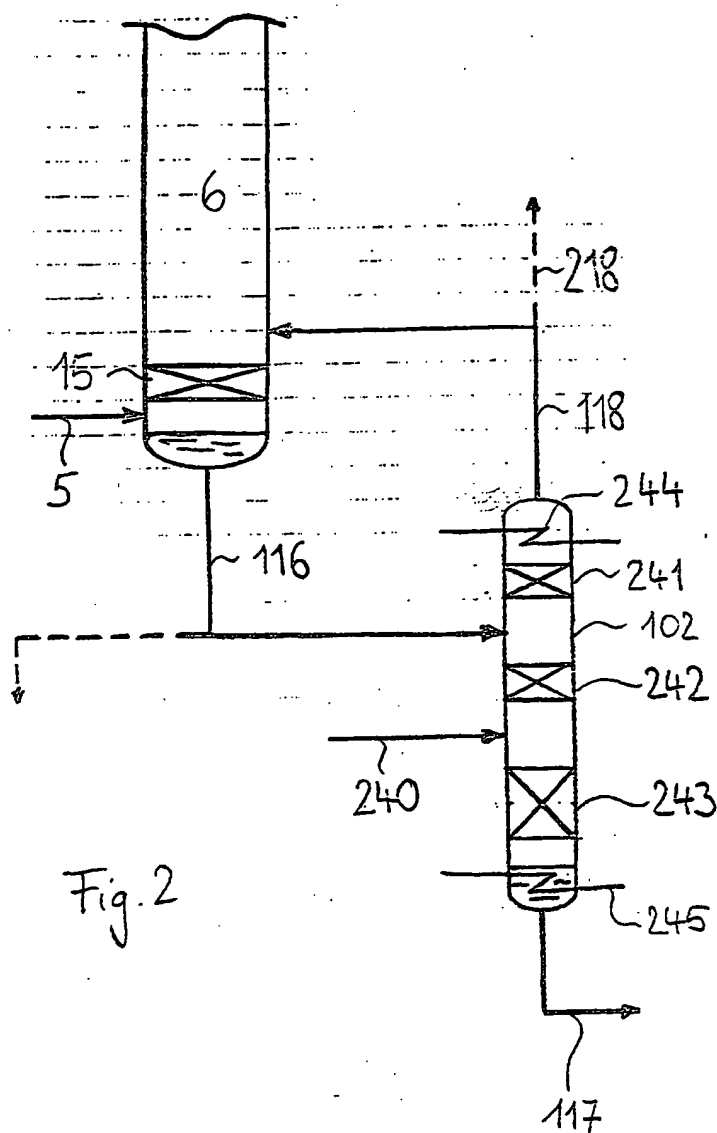


Fig. 3

